

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

16.09.2004

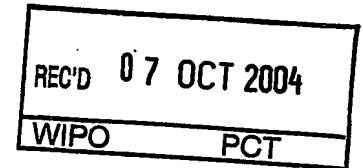
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2004年 3月10日

出 願 番 号
Application Number: 特願2004-067149
[ST. 10/C]: [JP 2004-067149]

出 願 人
Applicant(s): 住友化学工業株式会社

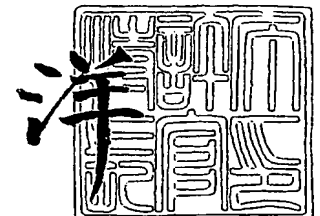


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 6月30日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願
【整理番号】 P156778
【提出日】 平成16年 3月10日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 B01D 11/00
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 5 の 1 住友化学工業株式会社内
 【氏名】 白石 重則
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 5 の 1 住友化学工業株式会社内
 【氏名】 後藤 滋
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市姉崎海岸 5 の 1 住友化学工業株式会社内
 【氏名】 堅尾 正明
【特許出願人】
 【識別番号】 000002093
 【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100093285
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 久保山 隆
 【電話番号】 06-6220-3405
【選任した代理人】
 【識別番号】 100113000
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 中山 亨
 【電話番号】 06-6220-3405
【選任した代理人】
 【識別番号】 100119471
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 榎本 雅之
 【電話番号】 06-6220-3405
【先の出願に基づく優先権主張】
 【出願番号】 特願2003-333159
 【出願日】 平成15年 9月25日
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 010238
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 要約書 1
 【包括委任状番号】 0212949

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

回収すべき目的物質（A）と第一の溶媒（B）からなる溶液（C）から目的物質（A）を回収する目的物質の回収方法であって、下記の第一工程及び第二工程を含む溶液（C）からの目的物質（A）の回収方法。

第一工程：溶液（C）に第二の溶媒（D）を添加して混合することにより目的物質（A）と第二の溶媒（D）を含むエマルジョン（E）を形成せしめる工程

第二工程：第一工程で得たエマルジョン（E）を溶液（C）から分離する工程

【請求項 2】

目的物質（A）が親油性部分と親水性部分を有するものであり、第一の溶媒（B）が有機溶媒であり、第二の溶媒（D）が水である請求項 1 記載の方法。

【請求項 3】

目的物質（A）が有機過酸化物である請求項 2 記載の方法。

【請求項 4】

第一工程において、超音波または機械攪拌を用いてエマルジョンを形成せしめる請求項 1 記載の方法。

【請求項 5】

第二工程の後に、下記の第三工程を有する請求項 1 記載の方法。

第三工程：第二工程で得たエマルジョン（E）から目的物質（A）を回収する工程

【請求項 6】

第三工程が、第二工程後のエマルジョン（E）を遠心分離操作する工程である請求項 5 記載の方法。

【請求項 7】

第三工程が、エマルジョンを抽剤を用いて目的物質（A）を抽出して回収する工程である請求項 5 記載の方法。

【請求項 8】

第三工程で用いる抽剤が、目的物質（A）及び第二の溶媒（D）いずれよりも沸点の低い抽剤であり、第三工程の後に下記の第四工程を有する請求項 7 記載の方法。

第四工程：第三工程で得た抽出混合物を蒸留に付し、目的物質（A）を分離して回収工程

【請求項 9】

請求項 1～8 のうちの一の請求項に記載の方法が、有機化合物を酸化することにより有機ヒドロパーオキシドを得る酸化工程、該有機ヒドロパーオキシドを濃縮する濃縮工程、該有機ヒドロパーオキシドとプロピレンとを反応させることによりプロピレンオキシドを得るエポキシ化工程を含むプロピレンオキシドの製造方法における濃縮工程の少なくとも一部である請求項 1～8 のうちの一の請求項に記載の方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】溶液からの目的物質の回収方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、溶液からの目的物質の回収方法に関するものである。更に詳しくは、本発明は、回収すべき目的物質（A）と第一の溶媒（B）からなる溶液（C）から目的物質（A）を回収する目的物質の回収方法であって、蒸留のように溶液を加熱することを必須とすることなく溶液から目的物質を回収することができ、よって熱に不安定な目的物質を変質させることなく回収することができ、かつ省エネルギーの観点にも優れるという特徴を有する溶液からの目的物質の回収方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

溶液から目的物質を回収する方法としては、一般に化合物の沸点差を利用した蒸留法や、溶解度差を利用した晶析法が用いられる。

【0003】

しかしながら、これらの方法では目的化合物を含有する混合溶液から目的成分またはその他の成分を選択的に蒸発もしくは析出させなくてはならず、加熱または冷却において目的化合物が変質することがある。さらに、加熱または冷却に必要なエネルギーがしばしば多く必要となり、省エネルギーという点で不満足である。

【0004】

また、別の方法として液膜分離法が知られている（非特許文献1参照。）。しかし、該分離方法は原料液相中の目的化合物とその他成分の液膜通過速度差を利用した方法であり、例えば公知の乳化液膜を利用した分離技術（特許文献2参照。）では、一旦生成せしめたエマルジョンをさらに別の相に分散させて複エマルジョンを形成し、抽出と同時に逆抽出を行う非平衡分離であることから、複雑な工程・操作条件となる点で満足できない。

【0005】

【特許文献1】特開平5-239469号公報

【非特許文献1】化学工学便覧改定六版第660頁

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

かかる状況において、本発明が解決しようとする課題は、回収すべき目的物質（A）と第一の溶媒（B）からなる溶液（C）から目的物質（A）を回収する目的物質の回収方法であって、蒸留のように溶液を加熱することを必須とすることなく溶液から目的物質を回収することができ、よって熱に不安定な目的物質を変質させることなく回収することができ、かつ省エネルギーの観点にも優れるという特徴を有する溶液からの目的物質の回収方法を提供する点にある。

【課題を解決するための手段】

【0007】

すなわち、本発明は、回収すべき目的物質（A）と第一の溶媒（B）からなる溶液（C）から目的物質（A）を回収する目的物質の回収方法であって、下記の第一工程及び第二工程を含む溶液（C）からの目的物質（A）の回収方法に係るものである。

第一工程：溶液（C）に第二の溶媒（D）を添加して混合することにより目的物質（A）と第二の溶媒（D）を含むエマルジョン（E）を形成せしめる工程

第二工程：第一工程で得たエマルジョン（E）を溶液（C）から分離する工程

【発明の効果】

【0008】

本発明により、回収すべき目的物質（A）と第一の溶媒（B）からなる溶液（C）から目的物質（A）を回収する目的物質の回収方法であって、蒸留のように溶液を加熱することを必須とすることなく溶液から目的物質を回収することができ、よって熱に不安定な目

的物資を変質させることなく回収することができ、かつ省エネルギーの観点にも優れるという特徴を有する溶液からの目的物質の回収方法を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

本発明は、回収すべき目的物質 (A) と第一の溶媒 (B) からなる溶液 (C) から目的物質 (A) を回収する目的物質の回収方法である。

【0010】

目的物質 (A) としては、親油性部分と親水性部分を有するものをあげることができる。一般に、親油性部分とは主として炭化水素からなる部分であり、親水性部分とは主として水素と酸素が結合した部分である。目的物質 (A) の具体例としては有機過酸化物をあげることができる。

【0011】

第一の溶媒 (B) としては有機溶媒をあげることができる。

【0012】

本発明の溶液 (C) とは、目的物質 (A) と第一の溶媒 (B) が均一に溶解した液の他、目的物質 (A) と第一の溶媒 (B) が混合した状態の液も含む概念である。

【0013】

本発明において、目的物質 (A) の回収とは、目的物質 (A) の少なくとも一部を回収することを意味する。

【0014】

本発明の第一工程は、溶液 (C) に第二の溶媒 (D) を添加して混合することにより目的物質 (A) と第二の溶媒 (D) を含むエマルジョン (E) を形成せしめる工程である。

【0015】

第二の溶媒 (D) としては、水をあげることができる。

【0016】

形成されるエマルジョン (E) は、目的物質 (A) と第二の溶媒 (D) を含むものであり、通常は第一の溶媒 (B) も含まれる。

エマルジョン (E) に含まれる溶媒 (B) の量は、以下の式で示される範囲である。

$$r(E) > r(C)$$

ここで、 r は A と B の重量比率 (A) / (B) を意味する。

$r(C)$: 溶液 (C) に含まれる目的物質 (A) と第一の溶媒 (B) の重量比率

$r(E)$: エマルジョン (E) に含まれる目的物質 (A) と第一溶媒 (B) の重量比率

【0017】

第一工程により、溶液 (C) と第二の溶媒 (D) の混合液は、第一の溶媒 (B) および回収されなかった目的物質 (A) を主とする相とエマルジョン (E) から成る相になる。

【0018】

第一工程を実施する好ましい方法として、超音波又は機械攪拌を用いる方法をあげることができる。すなわち、溶液 (C) と第二の溶媒 (D) の混合液に超音波を照射し、及び／又は、溶液 (C) と第二の溶媒 (D) の混合液を機械的に攪拌するのである。

【0019】

本発明の第二工程は、第一工程で得たエマルジョン (E) を溶液 (C) から分離する工程である。本工程を実施するには、第一の溶媒 (B) と回収されなかった目的物質 (A) を主とする相とエマルジョン (E) から成る相を、両相の界面で分離すればよい。

【0020】

本発明においては、第二工程の後に、下記の第三工程を用いることができる。

第三工程：第二工程で得たエマルジョン (E) から目的物質 (A) を回収する工程

【0021】

第三工程としては、第二工程後のエマルジョン (E) を遠心分離操作する方法、エマルジョンから抽剤を用いて目的物質 (A) を抽出して回収する方法などをあげることができる。抽出する場合、抽剤として目的物質 (A) 及び第二の溶媒 (D) いずれよりも沸点の

低い抽剤を用い、更に第三工程の後に下記の第四工程を用いることが好ましい。

第四工程：第三工程で得た抽出混合物を蒸留に付し、目的物質（A）を分離して回収工程

【0022】

本発明の方法は、有機化合物を酸化することにより有機ヒドロパーオキサイドを得る酸化工程、該有機ヒドロパーオキサイドを濃縮する濃縮工程、該有機ヒドロパーオキサイドとプロピレンとを反応させることによりプロピレンオキサイドを得るエポキシ化工程を含むプロピレンオキサイドの製造方法（たとえば、特開2003-327576号公報参照。）における濃縮工程の少なくとも一部として最適に適用できる。

【0023】

この場合の具体例として、回収すべき目的物質（A）がクメンヒドロパーオキサイド（CMHP）であり、第一の溶媒（B）がクメンを主とする有機溶媒であり、第二の溶媒（D）が水を主とする溶媒である場合をあげることができる。

【実施例】

【0024】

実施例 1

目的物質（A）としてのクメンヒドロパーオキサイド（CMHP）を第一の溶媒（B）としてのクメンを主とする有機溶媒に24.7重量%含む溶液（C）としてのクメン酸化油を、第二の溶媒（D）としての水と常温・常圧のもと接触させ、超音波を付与して水相が白濁するまで混合した。得られた混合液が油相と白濁したエマルジョンを含む水相に分液するまで静置した後、白濁したエマルジョンを含む水相を分離した。この白濁した水相を遠心分離器に1時間かけて、透明な水相と油相の2液相を得た。油相を分離し、ヨードメトリー滴定法によりCMHP濃度を測定したところ、66.3重量%であった。以上の操作により、溶液（C）中に24.7重量%の割合で存在していた目的物質（CMHP）が、66.3重量%にまで濃縮されて選択的に回収されたことがわかる。

【0025】

実施例 2

目的物質（A）としてのクメンヒドロパーオキサイド（CMHP）を第一の溶媒（B）としてのクメンを主とする有機溶媒に24.6重量%含む溶液（C）としてのクメン酸化油を第二の溶媒（D）としての水を主とする溶媒と65℃、約1200KPaのもとで機械攪拌を付与した後、油水分離ドラムにて比重差を利用して油相と白濁したエマルジョンを含む水相に分離した。この白濁した水相を遠心分離器にかけて透明な水相と油相の2液相を得た。油相を分離し、ヨードメトリー滴定法によりCMHP濃度を測定したところ、69.0重量%であった。以上の操作により、溶液（C）中に24.6重量%の割合で存在していた目的物質（CMHP）が、69.0重量%にまで濃縮されて選択的に回収されたことがわかる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 回収すべき目的物質（A）と第一の溶媒（B）からなる溶液（C）から目的物質（A）を回収する目的物質の回収方法であって、蒸留のように溶液を加熱することを必須とすることなく溶液から目的物質を回収することができ、よって熱に不安定な目的物質を変質させることなく回収することができ、かつ省エネルギーの観点にも優れるという特徴を有する溶液からの目的物質の回収方法を提供する。

【解決手段】 下記の第一工程及び第二工程を含む溶液（C）からの目的物質（A）の回収方法。

第一工程：溶液（C）に第二の溶媒（D）を添加して混合することにより目的物質（A）と第二の溶媒（D）を含むエマルジョン（E）を形成せしめる工程

第二工程：第一工程で得たエマルジョン（E）を溶液（C）から分離する工程

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2004-067149
受付番号	50400393887
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成 16 年 3 月 15 日

< 認定情報・付加情報 >

【特許出願人】

【識別番号】	000002093
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番 33 号
【氏名又は名称】	住友化学工業株式会社

【代理人】

申請人

【識別番号】	100093285
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜 4-5-33 住友化学 知的財産センター株式会社内
【氏名又は名称】	久保山 隆

【選任した代理人】

【識別番号】	100113000
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜 4-5-33 住友化学 知的財産センター株式会社内
【氏名又は名称】	中山 亨

【選任した代理人】

【識別番号】	100119471
【住所又は居所】	大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 33 号 住友 化学知的財産センター株式会社
【氏名又は名称】	榎本 雅之

特願 2 0 0 4 - 0 6 7 1 4 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 0 9 3]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区北浜 4 丁目 5 番 3 3 号

氏 名

住友化学工業株式会社